# **PATENT**

# IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Sadayuki WATANABE et al.

Serial No.: 10/723,182

Filed: November 26, 2003

MAR 15 200 00

Group Art Unit: 2652

Examiner:

PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MANUFACTURING

METHOD THEREOF

#### **Certificate of Mailing**

I hereby certify that this paper is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on:

By: Marc A. Rossi

### **CLAIM FOR PRIORITY**

Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

For:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following country is hereby requested for the above-identified application and the priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

JAPAN 2002 - 342589

November 26, 2002

In support of this claim, a certified copy of said original foreign application is filed herewith. It is requested that the file of this application be marked to indicate that the requirements of 35 U.S.C. 119 have been fulfilled and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

Respectfully submitted,

03/12/04

Date

Attorney Docket: FUJI:282

Marc A. Rossi

Registration No. 31,923

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2002年11月26日

出 願 番 号 Application Number:

特願2002-342589

[ST. 10/C]:

[JP2002-342589]

出 願 人
Applicant(s):

富士電機デバイステクノロジー株式会社

特許庁長官 人

Commissioner, Japan Patent Office 2004年 2月 2日







【書類名】 特許願

【整理番号】 02P00874

【提出日】 平成14年11月26日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/66

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体及びその製造方法

【請求項の数】 5

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式

会社内

【氏名】 渡辺 貞幸

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式

会社内

【氏名】 酒井 泰志

【特許出願人】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077481

【弁理士】

【氏名又は名称】 谷 義一

【選任した代理人】

【識別番号】 100088915

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】

100106998

【弁理士】

【氏名又は名称】 橋本 傳一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013424

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】 要

# 【書類名】 明細書

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体及びその製造方法

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基体上に少なくとも反強磁性層、軟磁性層、磁気記録 層、保護層及び液体潤滑剤層が積層されてなる垂直磁気記録媒体において、

少なくともNi、Feを含み、B、Nb、Siの少なくとも1つの元素を添加 した材料からなり、前記反強磁性層の直下に積層された配向制御層と、

Taからなり、前記配向制御層の直下に積層されたシード層と

を備えたことを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【請求項2】 少なくともFe、Coを含む合金からなり、前記反強磁性層と前記軟磁性層との間に積層された交換結合磁界制御層を含むことを特徴とする請求項1に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項3】 前記反強磁性層は、Mn系合金からなり、前記軟磁性層は、NiFe合金、センダスト合金またはCo系アモルファス合金からなることを特徴とする請求項1または2に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項4】 前記軟磁性層の磁化は、円盤状の媒体の半径方向に向いて、 放射状に印加されていることを特徴とする請求項1、2または3に記載の垂直磁 気記録媒体。

【請求項5】 非磁性基体上に少なくとも反強磁性層、軟磁性層、磁気記録層、保護層及び液体潤滑剤層が積層されてなる垂直磁気記録媒体の製造方法において、

前記反強磁性層と前記軟磁性層とを成膜した後、ブロッキング温度以上に加熱 を行う工程と、

円盤状の媒体の半径方向に向いて、放射状に印加された静磁場中において、ブロッキング温度以下に冷却する工程と

を備えたことを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】



本発明は、垂直磁気記録媒体及びその製造方法に関し、より詳細には、軟磁性層の磁壁形成を阻止して、低ノイズ化を図った垂直磁気記録媒体及びその製造方法に関する。

[0002]

### 【従来の技術】

磁気記録の高密度化を実現する技術として、従来の長手磁気記録方式に代えて、垂直磁気記録方式が注目されつつある。垂直磁気記録媒体は、硬質磁性材料の磁気記録層と、この記録層への記録に用いられる、磁気ヘッドが発生する磁束を集中させる役割を担う軟磁性材料の裏打ち層から構成される。このような構造の垂直磁気記録媒体において問題となるノイズのひとつであるスパイクノイズは、裏打ち層である軟磁性層に形成された磁壁によるものであることが知られている。そのため垂直磁気記録媒体の低ノイズ化のためには、軟磁性裏打ち層の磁壁形成を阻止する必要がある。

### [0003]

この軟磁性裏打ち層の磁壁の制御については、軟磁性裏打ち層の上層や下層に 、Co合金等の強磁性層を形成しこれを所望の方向に磁化させるように着磁する 方法(例えば、特許文献 1 参照)、反強磁性薄膜を形成し交換結合を利用して磁 化をピン止めする方法(例えば、特許文献 2 参照)などが提案されている。

[0004]

#### 【特許文献1】

特開平6-180834号公報(段落番号〔0029〕、第1図)

[0005]

#### 【特許文献2】

特開平10-214719号公報(段落番号[0009]、第2図)

[0006]

#### 【発明が解決しようとする課題】

磁区制御層としての反強磁性層を用いて軟磁性裏打ち層との交換結合により磁 壁の制御を行なう方法は、交換結合が十分に得られた場合、軟磁性裏打ち層の磁 壁形成を阻止することができ、非常に効果的である。しかしながら、十分な交換



結合を得るためには、例えば特許文献2に示すように、軟磁性裏打ち層の特性を 出すために成膜後の加熱処理が必要である。この加熱処理は、半径方向に磁場を 印加しながら長時間行わなければならない処理であるため、大量生産には適さな いという問題があった。

### [0007]

また、例えば特許文献1に示すように、軟磁性層と反強磁性層とを複数回積層 して裏打ち層を構成する方法では、裏打ち層の構造が複雑であり、大量生産には 適さないという問題もあった。

# [0008]

本発明は、このような問題に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、低ノイズ化された垂直磁気記録媒体、および大量生産に適した垂直磁気記録媒体の製造方法を提供することにある。

### [0009]

# 【課題を解決するための手段】

本発明は、このような目的を達成するために、請求項1に記載の発明は、非磁性基体上に少なくとも反強磁性層、軟磁性層、磁気記録層、保護層及び液体潤滑剤層が積層されてなる垂直磁気記録媒体において、少なくともNi、Feを含み、B、Nb、Siの少なくとも1つの元素を添加した材料からなり、前記反強磁性層の直下に積層された配向制御層と、Taからなり、前記配向制御層の直下に積層されたシード層とを備えたことを特徴とする。

#### $[0\ 0\ 1\ 0]$

請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の垂直磁気記録媒体において、少なくともFe、Coを含む合金からなり、前記反強磁性層と前記軟磁性層との間に 積層された交換結合磁界制御層を含むことを特徴とする。

#### $[0\ 0\ 1\ 1]$

請求項3に記載の発明は、請求項1または2に記載の前記反強磁性層は、Mn 系合金からなり、前記軟磁性層は、NiFe 合金、センダスト合金またはCo 系アモルファス合金からなることを特徴とする。

#### $[0\ 0\ 1\ 2]$



請求項4に記載の発明は、請求項1、2または3に記載の前記軟磁性層の磁化は、円盤状の媒体の半径方向に向いて、放射状に印加されていることを特徴とする。

# [0013]

請求項5に記載の発明は、非磁性基体上に少なくとも反強磁性層、軟磁性層、 磁気記録層、保護層及び液体潤滑剤層が積層されてなる垂直磁気記録媒体の製造 方法において、前記反強磁性層と前記軟磁性層とを成膜した後、ブロッキング温 度以上に加熱を行う工程と、円盤状の媒体の半径方向に向いて、放射状に印加さ れた静磁場中において、ブロッキング温度以下に冷却する工程とを備えたことを 特徴とする。

### $[0\ 0\ 1\ 4]$

### 【発明の実施の形態】

以下、図面を参照しながら本発明の実施形態について詳細に説明する。本発明にかかる垂直磁気記録媒体は、反強磁性層の結晶性・配向性を向上させ、交換結合の磁界を強める目的で、反強磁性層の直下に配向制御層を設ける。配向制御層としては、NiFeに、B、Nb、Siの少なくとも1つの元素を添加した材料を用いる。また、配向制御層の結晶性・配向性を向上させるために、Taからなるシード層を設ける。この構成によれば、従来のNiFeまたはNiFeCrからなる配向制御層と比較して、シード層との界面において、Ta原子と、Ni原子及びFe原子との相互拡散が抑制される。さらに、配向制御層の初期成長層、すなわち0~2nmの薄膜領域であって格子欠陥を有し、結晶性の悪い部分が抑制される。従って、従来の配向制御層と比較して、反強磁性層の結晶性・配向性を向上することができる。

#### $[0\ 0\ 1\ 5]$

さらに、反強磁性層と軟磁性層との間に、交換結合の磁界を強める目的で、交換結合磁界制御層を設ける。交換結合磁界制御層としては、少なくともFe、Coを含む合金を用いる。

#### [0016]

図1に、本発明の一実施形態にかかる垂直磁気記録媒体の構造を示す。垂直磁

5/



気記録媒体は、非磁性基体1上に、シード層2、配向制御層3、反強磁性層4、 交換結合磁界制御層5、軟磁性裏打ち層6、下地層7、磁気記録層8及び保護層 9が順に形成され、さらにその上に液体潤滑剤層10が形成された構造を有して いる。非磁性基体1としては、通常の磁気記録媒体用に用いられるNiPメッキ を施したAl合金や強化ガラス、結晶化ガラス等を用いることができる。

# [0017]

シード層 2 は、配向制御層 3 の結晶性・配向性を向上させる。材料は、Taが好ましい。膜厚は、非晶質または微結晶となる 1 0 n m以下が望ましい。配向制御層 3 は、反強磁性層 4 の結晶性・配向性を向上させる。材料は、少なくともNi、Feを含み、B、Nb、Siの少なくとも 1 つの元素を添加した材料を用いる。膜厚は、十分に結晶成長がみられる 3 n m以上が望ましい。反強磁性層 4 は、FeMn、CoMn、IrMnなどのMn系合金が用いられる。膜厚は特に制限されないが、適度な交換結合が得られ、かつ大量生産に適するためには 2 n m ~ 3 0 n m程度が望ましい。

# [0018]

交換結合磁界制御層 5 は、交換結合の磁界を向上させる。材料は、FeCo、FeCoNi、FeCoB、FeCoNiBなどの、少なくともFe、Coを含む合金が用いられる。膜厚は、生産性を考慮すると、20nm以下とするのが望ましい。軟磁性裏打ち層 6 としては、NiFe合金、センダスト(FeSiAl)合金等の結晶系の他、CoZrNb、CoTaZr等の非晶質のCo系合金を用いることができる。膜厚は、記録に使用する磁気ヘッドの構造や特性によって最適値が変化するが、10nm以上500nm以下であることが、生産性との兼ね合いから望ましい。反強磁性交換結合により固定される軟磁性裏打ち層6の磁化は、一般的に用いられる円盤状の媒体を想定すると、図2に示すように基板の半径方向に向いて、放射状に印加されていることが好ましい。

#### [0019]

磁気記録層 8 は、一般的に用いられている C o C r P t 系材料の他、強磁性を有する結晶粒を取り巻く非磁性粒界が非磁性非金属であるグラニュラー磁気記録層、T b C o 等の R E - T M系合金、 C o / P t 、 C o / P d の多層積層膜、ま



たはFePt規則合金などを用いることができる。なお、垂直磁気記録媒体として用いるためには、強磁性の結晶粒は、膜面に対して垂直異方性を有することが必要である。また、磁気記録材料によって、適宜、下地層7を設けることができる。

# [0020]

保護層 9 は、例えばカーボンを主体とする薄膜が用いられる。液体潤滑剤層 1 0 は、例えばパーフルオロポリエーテル系の潤滑剤を用いることができる。

# [0021]

垂直磁気記録媒体の製造方法は、反強磁性交換結合を失う温度であるブロッキング温度以上に加熱を行い、例えば、永久磁石で制御された静磁場の中でブロッキング温度以下まで冷却する方法が用いられる。この方法は、軟磁性裏打ち層6の磁化方向を全て一方向に制御する目的で用いる。反強磁性層4と軟磁性裏打ち層6とを成膜した後、磁気記録層8を成膜する前に加熱を行う場合には、加熱温度がブロッキング温度を超えてしまうと、反強磁性交換結合が消失し、軟磁性裏打ち層6の磁化固定効果を失ってしまう。この状態で、わずかな外部磁場が加えられると、軟磁性裏打ち層6の磁化が乱され、磁壁を生ずる。そして、ブロッキング温度以下となって再度交換結合を生じると、そのまま固定されてしまう。従って、ブロッキング温度以下に冷却されるまでの間、静磁場中で保持するという方法を用いる。この方法によれば、基板前面で、軟磁性裏打ち層6の磁化固定効果を得ることができる。静磁場の強度としては、少なくとも交換結合磁界制御層5と軟磁性裏打ち層6の磁化が飽和する程度の磁界が必要であり、50~10000e程度が望ましい。

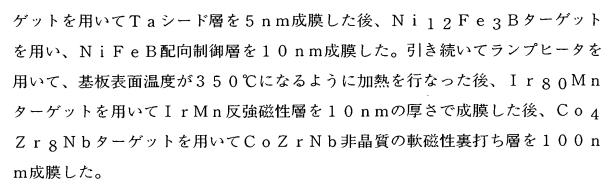
# [0022]

以下に本発明の実施例を記す。なお、本発明は、以下の実施例に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々の変更が可能である。

# [0023]

#### (実施例1)

非磁性基体として表面が平滑な化学強化ガラス基板(例えば、HOYA社製N-10ガラス基板)を用い、これを洗浄後スパッタ装置内に導入する。Taター



# [0024]

# [0025]

(実施例2)

配向制御層を、 $Ni_{12}$  Feg Nb ターゲットを用いて 10 n m成膜した。その他は、実施例 1 に同じである。

#### [0026]

(実施例3)

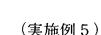
配向制御層を、 $Ni_{12}Fe_4Si$ ターゲットを用いて10nm成膜した。その他は、実施例1に同じである。

#### [0027]

(実施例4)

I r M n 反強磁性層を成膜した後、C o Z r N b 軟磁性裏打ち層を成膜する前に、C o 1 0 F e ターゲットを用いて、C o F e 交換結合磁界制御層を 2 n m n 厚さで成膜した。その他は、実施例 1 に同じである。

#### [0028]



IrMn 反強磁性層を成膜した後、CoZrNb 軟磁性裏打ち層を成膜する前に、Coloritarian 2 の Oritarian 3 に、Oritarian 4 に Oritarian 4 に Oritarian 4 に Oritarian 5 に Oritarian 6 に Oritarian 6

[0029]

(実施例6)

IrMn 反強磁性層を成膜した後、CoZrNb 軟磁性裏打ち層を成膜する前に、Coloretain で、Coretain を用いて、Coretain を一がットを用いて、Coretain を一がった。その他は、実施例3に同じである。

[0030]

(実施例7)

 $[0\ 0\ 3\ 1]$ 

(実施例8)

交換結合磁界制御層を、Cold 3Ni22Fe 9-ゲットを用いて成膜した。その他は、実施例 <math>5 に同じである。

 $[0\ 0\ 3\ 2]$ 

(実施例9)

交換結合磁界制御層を、Cold 3Ni22Fe 9-ゲットを用いて成膜した。その他は、実施例 <math>6 に同じである。

[0033]

(実施例10)

交換結合磁界制御層を、94( $Co_{13}$ Ni $_{22}$ Fe)6Bターゲットを用いて成膜した。その他は、実施例4に同じである。

[0034]

(実施例11)

交換結合磁界制御層を、94( $Co_{13}Ni_{22}Fe$ )6Bターゲットを用いて成膜した。その他は、実施例<math>5に同じである。



# [0035]

(実施例12)

交換結合磁界制御層を、94( $Co_{13}Ni_{22}Fe$ )6Bターゲットを用いて成膜した。その他は、実施例6に同じである。

[0036]

(比較例 1)

Taシード層を成膜しないこと以外は、実施例1と同じである。

[0037]

(比較例2)

NiFeB配向制御層を成膜しないこと以外は、実施例1と同じである。

[0038]

(比較例3)

Taシード層、NiFeB配向制御層、IrMn反強磁性層、CoZrNb軟 磁性裏打ち層を成膜しないこと以外は、実施例1と同じである。

[0039]

各実施例および比較例について、軟磁性裏打ち層に形成される磁壁の有無を確認するために、スピンスタンドテスターを用いて、信号が書き込まれていない状態での読み出し評価を行った。ディスク100回転分について読み出しを行い、出力の平均値に対する変動の割合をCOV%とした。磁壁からのスパイクノイズは、局所的に大きな信号出力として検出され、磁壁が揺らいでいる場合には、その大きさが変動することから、COVの値が大きいほどスパイクノイズが発生していると考えられる。

[0040]

また、交換結合磁界の大きさを調べるために、垂直磁気記録媒体の製造工程において、Ti下地層とCoCrPt磁気記録層とを成膜する工程を省略した試料も作製した。これらの各実施例、比較例および試料について、基板半径方向の磁化曲線を振動試料型磁力計にて測定し、得られたM-Hループより交換結合磁界を算出した。結果を表1に示す。

[0041]



### 【表1】

	シード層	配向制御層	交換結合磁界 制御層	交換結合磁界 [Oe]	COV [%]
実施例1	Та	NiFeB	-	18.1	6
実施例2	Та	NiFeNb	-	17.5	7
実施例3	Та	NiFeSi	-	17.1	7
実施例4	Та	NiFeB	CoFe	27.6	5
実施例5	Та	NiFeNb	CoFe	27.1	5
実施例6	Та	NiFaSi	CoFe	26.5	5
実施例7	Та	NiFeB	CoFeNi	29	5 .
実施例8	Та	NiFeNb	CoFeNi	28.4	5
実施例9	Та	NiFeSi	CoFeNi	28.6	5
実施例10	Та	NiFeB	CoFeNiB	31.4	5
実施例11	Ta	NiFeNb	CoFeNiB	31.2	5
実施例12	Та	NiFeSi	CoFeNiB	30.4	5
比較例1	-	NiFeB	-	8.2	11
比較例2	Та		-	0	23
比較例3		-		-	5

### [0042]

交換結合磁界の大きさと層の構成の関係について述べる。実施例1と比較例2とを比較すると、NiFeB配向制御層を有しない比較例2は、交換結合磁界が0であり、交換結合が生じていないことから、配向制御層の必要性が明らかである。実施例1と比較例1とを比較すると、Taシード層を有する実施例1は、交換結合磁界の向上が見られる。実施例1のNiFeB配向制御層に代えて、NiFeNbを用いた実施例2、NiFeSiを用いた実施例3ともに、実施例1と同等の交換結合が生じている。さらに、CoFe交換結合磁界制御層を付与した実施例4~6、CoNiFe交換結合磁界制御層を付与した実施例7~9、CoNiFeB交換結合磁界制御層を付与した実施例10~12ともに、実施例1~3と比較して、交換結合磁界が向上している。

# [0043]

次に、交換結合磁界の大きさとCOVの関係について述べる。軟磁性裏打ち層のない比較例3では、スパイクノイズが生じ得ず、このCOVは5%である。こ



れに対して、交換結合磁界が27Oe以上の実施例4~12は、同様に5%であることから、スパイクノイズが完全に抑制されていることがわかる。なお、実施例1~3と比較例1,2とから、交換結合磁界が大きいほどCOVが小さいことがわかる。

### [0044]

### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、少なくともNi、Feee含み、B、N b、Sioの少なくとも1つの元素を添加した材料からなる配向制御層と、配向制御層の直下にTaからなるシード層とを備えたので、反強磁性層の結晶性・配向性を向上させ、交換結合磁界を強めることができ、スパイクノイズを抑制することが可能となる。

### [0045]

また、本発明によれば、反強磁性層と軟磁性裏打ち層の間に少なくともFe、Coを含む合金からなる交換結合磁界制御層を備えたので、交換結合磁界を増加させ、スパイクノイズの抑制を向上することが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明の一実施形態にかかる垂直磁気記録媒体の構造を示す模式図である。

#### 【図2】

垂直磁気記録媒体の基板の半径方向に磁場を印加している様子を示す模式図で ある。

#### 【符号の説明】

- 1 非磁性基体
- 2 シード層
- 3 配向制御層
- 4 反強磁性層
- 5 交換結合磁界制御層
- 6 軟磁性裏打ち層
- 7 下地層

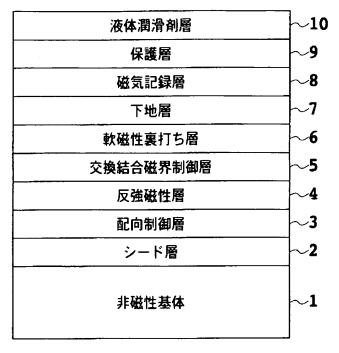


- 8 磁気記録層
- 9 保護層
- 10 液体潤滑剤層

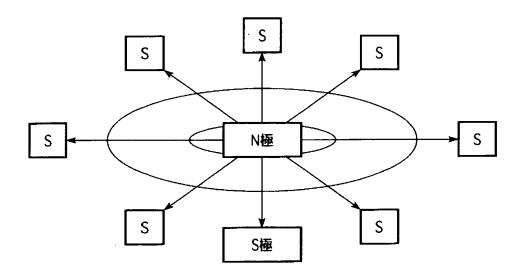


図面

【図1】



【図2】





【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 スパイクノイズを抑制し、大量生産に適した垂直磁気記録媒体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 非磁性基体1上に少なくとも反強磁性層4、軟磁性層6、磁気記録層8、保護層9及び液体潤滑剤層10が積層されてなる垂直磁気記録媒体において、少なくともNi、Feを含み、B、Nb、Siの少なくとも1つの元素を添加した材料からなり、反強磁性層4の直下に積層された配向制御層3と、Taからなり、配向制御層3の直下に積層されたシード層2とを備えた。

【選択図】 図1

ページ: 1/E

【書類名】 出願人名義変更届(一般承継)

【整理番号】 02P00874

【提出日】平成15年11月 7日【あて先】特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2002-342589

【承継人】

【識別番号】 503361248

【氏名又は名称】 富士電機デバイステクノロジー株式会社

【承継人代理人】

【識別番号】 100088339

【弁理士】

【氏名又は名称】 篠部 正治 【電話番号】 03-5435-7241

【提出物件の目録】

【物件名】 権利の承継を証明する書面 1

【援用の表示】 特願2003-325949の出願人名義変更届(一般承継)に

添付した会社分割承継証明書

【物件名】 承継人であることを証明する書面 1

【援用の表示】 特願2002-298068の出願人名義変更届(一般承継)に

添付した登記簿謄本

【包括委任状番号】 0315472

# 出願人履歴情報

識別番号

[000005234]

1. 変更年月日

1990年 9月 5日

[変更理由]

新規登録

住·所 氏 名 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社

2. 変更年月日

2003年10月 2日

[変更理由]

名称変更

住 所

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

氏 名 富士電機ホールディングス株式会社

特願2002-342589

出願人履歴情報

識別番号

[503361248]

1. 変更年月日

2003年10月 2日

[変更理由]

新規登録

住所氏名

東京都品川区大崎一丁目11番2号

富士電機デバイステクノロジー株式会社